

In einer bevorzugten Anwendungsform können diesen Fettungsmitteln Emulgatoren auf Basis von Carbonsäuren, Polycarbonsäuren oder Polyethern zugesetzt werden, um die Verarbeitung in wässriger Flotte zu erleichtern.

- 5 Die in der Vorbehandlung eingesetzten Fettungsmittel können die Eigenschaften des fertigen Leders vorteilhaft beeinflussen, besonders in Bezug auf Weichheit und Wasserdichtigkeit. Es werden bezogen auf Blößengewicht 0.1 - 5 Gew.-%, besonders bevorzugt 0.5 - 3 Gew.-% zugegeben.

**Beispiele:**

**Beispiel 1**

Herstellung eines Silikon-basierten Hydrophobiermittels mit internem Emulgator  
5 (entspricht SIL 4 aus EP-A 11 08 765)

1400 g Trimethylsilyl-terminiertes Polydimethylsiloxan (Viskosität 5000 mm<sup>2</sup>/s, 25°C) (Handelsprodukt: BAYSILONE® Öl M 5000) werden vorgelegt. Dann werden 49,5 g 2-Aminoethyl-3-aminopropyl-methyl-dimethoxysilan (Dynasilan® 1411, 10 Fa. Hüls) und anschließend 0,86 g Natronlauge (50 %ig) zugegeben. Der Kesselin-  
halt wird im Verlauf von 2 Stunden auf 115°C erwärmt. Es wird 5,25 Stunden bei 115°C gerührt, wobei ein leichter N<sub>2</sub>-Strom übergeleitet wird. Dann wird noch 0,75 Stunden unter Vakuum bei 65 hPa gerührt. Während der Kondensation (6 Stunden) werden 1,5 g Destillat abgenommen. Nach beendeter Methanol-  
15 Abspaltung wird der Ansatz unter Rühren auf 25 °C abgekühlt. Man erhält ein mit 2-Aminoethyl-3-aminopropyl-Seitenketten funktionalisiertes Polysiloxan (Basen-N-  
Gehalt = 0,44 Gew.-%, Viskosität bei 20°C/100 s<sup>-1</sup> = 140 mPas).

300 g des so hergestellten Aminopolysiloxans mit 0,44 Gew.-% Basen-N-Gehalt  
20 werden bei 25°C vorgelegt und 18,5 g Maleinsäureanhydrid eingerührt. Die erhaltene Suspension wird auf 65°C erwärmt und 1 Stunde bei 65°C gerührt. Dabei entsteht eine klare Lösung. Das IR-Spektrum zeigt keine Anhydridbande bei 1850 cm<sup>-1</sup>. Die Viskosität des Zwischenprodukts beträgt ca. 30000 mPas bei 100s<sup>-1</sup> und 20°C. Der Ansatz wird dann auf 50-55°C abgekühlt. Unter intensivem Rühren werden bei 55°C 25 10,6 g Triethylamin zudosiert. Der Ansatz wird bei 55°C noch 20 Minuten nachge-  
rührt, wobei die Viskosität allmählich ansteigt (Viskosität 20°C, D=10 s<sup>-1</sup>: ca. 50000 mPas). Dann werden 100 g Isopropanol zugegeben und 30 Minuten bei 55°C nachgerührt. Bei 50-55°C werden unter schnellem Rühren 550 g Wasser innerhalb von 3 Stunden zugepumpt.. Die erhaltene Dispersion wird bei 55°C und 140-250 hPa 30 vom Lösemittel befreit. Es werden 117,5 g Isopropanol-Wasser-Gemisch abdestilliert. Man erhält eine weiße, feinteilige Emulsion. Unter diesen Bedingungen wird

während der Destillation kein Schaum beobachtet. Dann wird auf Raumtemperatur ( $\leq 30^\circ\text{C}$ ) abgekühlt und über ein 20  $\mu\text{m}$ -Sieb filtriert.

	Feststoffgehalt:	36,9 %
5	pH-Wert:	ca. 7 (unverdünnt)
	mittlere Teilchengröße:	174 nm
	Viskosität:	36 mPas (bei 100 $\text{sec}^{-1}$ , 20°C).

### Beispiel 2

10 Herstellung eines Silikon-basierten Hydrophobiermittels mit internem Emulgator und wenig externem Emulgator

15 654,4 g Trimethylsilyl-terminiertes Polydimethylsiloxan (Viskosität 1000  $\text{mm}^2/\text{s}$ , 25°C) (Handelsprodukt: BAYSILONE® Öl M 1000) werden vorgelegt. Dann werden 29,3 g 2-Aminoethyl-3-aminopropyl-methyl-dimethoxysilan (Dynasilan® 1411, Fa. Hüls) und anschließend 0,4 g Natronlauge (50 %ig) ggf. verdünnt mit 5g Wasser zugegeben. Der Kesselinhalt wird im Verlauf von 2 Stunden auf 115°C erwärmt. Es wird 6 Stunden bei 115°C gerührt, wobei ein leichter  $\text{N}_2$ -Strom übergeleitet wird. Dann wird noch 1 Stunde unter Vakuum bei 65 hPa gerührt. Während der Kondensation (6 Stunden) werden 9,5 g Destillat abgenommen. Man erhält ein mit 2-Amino-20 ethyl-3-aminopropyl-Seitenketten funktionalisiertes Polysiloxan (Basen-N-Gehalt = 0,56 Gew.-%, Viskosität bei 20°C/100  $\text{s}^{-1}$  = 104 mPas).

25 Das so hergestellte Aminopolysiloxan wird bei 55°C vorgelegt und mit 15,6 g Caprolacton und 130 g Ethylacetat versetzt. Dann werden 0,2 g Titanetetrabutylat oder Dibutylzinnidilaurat und 10 g Ethylacetat zugegeben. Die Mischung wird 10 Stunden bei ca. 75°C gerührt (im IR-Spektrum ist die Carbonyl-Bande des Lactons (bei 1722  $\text{cm}^{-1}$ ) nicht mehr vorhanden). Dann wird das Ethylacetat abdestilliert (ca. 140 g). Nach Abkühlen auf 50°C werden 170 g Aceton und 26,9g Bernsteinsäureanhydrid zugegeben und bei 65°C 2 Stunden gerührt (Anhydrid nicht mehr nachweisbar). Danach werden unter Rühren 29,4 g Triethylamin zudosiert und noch

10 Minuten nachgerührt. Dann werden 340 g Ethanol zugegeben. Bei 55°C werden unter schnellem Rühren 1200 g Wasser innerhalb von 3 Stunden zugepumpt. Nach Zugabe von 0,4 g Respumit S in 40 g Wasser werden 20 g eines Cyanamid-Polyharnstoff-Addukts, im folgenden als C-PUR bezeichnet, als Emulgator zugegeben.

5 Die erhaltene Dispersion wird bei 50°C und 140-250 hPa vom Lösemittel befreit (520 g Destillat) und über ein 20 µm-Sieb filtriert. Man erhält eine weiße feinteilige Emulsion.

Gegebenenfalls wird während des Emulgierzorgangs oder danach mittels eines  
10 Strahldispersators (Düsenprinzip), einer Durchflusszelle mit Ultraschall-Sonotrode oder mittels eines High Shear-Mischers (Rotor-Stator-Prinzip) bzw. durch Verwendung eines Hochdruckhomogenisators nachbehandelt, um die Teilchengröße der Emulsion einzustellen.

15 Feststoffgehalt: 37 Gew.-%  
pH-Wert: 7,5 (unverdünnt)  
mittlere Teilchengröße: 300 nm  
Viskosität: 25 mPas (bei 100 sec<sup>-1</sup>, 20°C)  
Lagerstabilität: sehr gut

20

Beschreibung der Herstellung des Cyanamid-Polyharnstoff-Addukts, C-PUR, für Beispiel 2

2240 g eines difunktionellen Hexandiolpolycarbonatdiols (OH-Zahl = 56), 82 g eines difunktionellen Propylenoxidpolyethers (OH-Zahl = 56) werden bei 120°C / 15 hPa entwässert. Bei 80°C werden 363 g 3,5-Bis-(6-isocyanatoethyl)-2,4,6-trioxo-tetrahydro-1,3,5-oxadiazin (techn. Produkt, MG = 422,0), 67,2 g Hexa-methylendiisocyanat und 184,3 g Isophorondiisocyanat zugegeben. Nach 3 Stunden bei 90°C wird das Prepolymer mit 6000 g Aceton verdünnt. Zu dieser Lösung gibt man 18,0 g Ethylen diamin und 12,5 Hydrazinhydrat in 300 g Wasser und röhrt 15 Minuten bei 50°C nach. Danach wird eine Lösung von 33,6 g Cyanamid in 400 g Wasser zuge-

geben. Weitere 20 Minuten später werden 80,7 g Triethylamin zugegeben. Nach 45 Minuten ist die CO<sub>2</sub>-Entwicklung beendet. Der Ansatz wird mit 6000 g Wasser verdünnt und anschließend das Aceton unter verminderter Druck abdestilliert. Es resultiert eine feinteilige Dispersion mit einer mittleren Teilchengröße der dispersen Phase von ca. 95 nm, einem Feststoffgehalt von 32,5% und einer Auslaufviskosität von 12 Sekunden.

Die Zusammensetzung geeigneter Cyanamid-Polyadditionsprodukte ist, wie das folgende Beispiel zeigt, nicht auf die bereits erwähnte Zusammensetzung von C-PUR beschränkt. Ebenfalls geeignet ist ein Cyanamid-Polyadditions-Produkt, bei dem analog C-PUR die Einsatzstoffe und -mengen variiert wurden:

Zu einer entwässerten Polyolmischung aus 157,1 g eines difunktionellen Hexandiolpolycarbonatdiols (OH-Zahl = 56), 51,9 g eines difunktionellen auf Bisphenol A gestarteten Propylenoxidpolyethers (OH-Zahl = 56), 0,86 g 2-Ethylhexanol werden bei 60°C 32,5 g 3,5-Bis-(6-isocyanatohexyl)-2,4,6-trioxo-tetrahydro-1,3,5-oxadiazin (techn. Produkt, MG = 422,0), 11,3 g Hexa-methylendiisocyanat und 29,7 g Isophorondiisocyanat zugegeben.

Nach 3 Stunden bei 90-95°C wird das Prepolymer mit 663 g Aceton verdünnt. Nach Erreichen eines NCO-Gehalts von 1,1 % wird bei 50-55°C eine Lösung von 1,43 g Hydrazinhydrat und 5,69 g Isophorondiamin in 42,1 g Wasser zugegeben und der Ansatz 15 Minuten bei 50°C nachgerührt. Danach werden 36,6 g einer 10%igen wässrigen Lösung von Cyanamid zugegeben. Weitere 10 Minuten später werden 8,7 g Triethylamin zugegeben. Nach 1 Stunde ist die CO<sub>2</sub>-Entwicklung beendet. Der Ansatz wird mit 632 g Wasser verdünnt und anschließend das Aceton unter verminderter Druck abdestilliert. Es resultiert eine feinteilige Dispersion mit einer mittleren Teilchengröße der dispersen Phase von ca. 70 nm, einem Feststoffgehalt von 30 % und einer Viskosität von ca. 10 mPas bei 20°C / 10 s<sup>-1</sup>.

**Beispiel 3**

Herstellung eines Silikon-basierten Hydrophobiermittels (nicht anionisch) mit externem Emulgator

5 100 g eines linearen Dimethylpolysiloxans mit seitenständigen 2-Aminoethyl-aminopropyl-Substituenten und Trimethylsilyl-Endgruppe und/oder Dimethylsilyl-Methoxy-Endgruppe, gekennzeichnet durch einen Basen-Stickstoff-Gehalt von 0,20 % sowie eine Viskosität von 650-700 mPas bei 20°C, werden bei 20°C mit 15,4 g eines Emulgators, z.B. Emulgator ASN (25%ig in Wasser) der Bayer AG, 10 12,8 g Cyclohexanol oder Isobutanol und 0,3 g Essigsäure verrührt. Dann werden innerhalb von 30 Minuten 180 g Wasser zudosiert.

Man erhält eine transparente Emulsion

Konzentration: 35%

15 pH-Wert: 6,9

Teilchengröße: < 100 nm

Viskosität: < 50 mPas

**Beispiel 4**

20 Fettungsmittel auf Lösungsmittelbasis

400 g einer Mischung aus Klauenöl und Pflanzenöl im Verhältnis 2:1 wird in 500 g Isopropanol gelöst. Zur Lösung werden 30g PVA 40/98 sowie 70g einer ethoxilierten Fettsäure gegeben.

25

Beim Einrühren in Wasser erhält man eine stabile Emulsion des Fettungsmittels.

**Beispiel 5**

Fettungsmittel auf Basis eines Mineralöls

30

Eine Mischung aus 300 g Mineralöl, Viskosität 100 mPas, 80 g eines neutralisierten Acrylsäure/Stearylmethacrylat-Kopolymers und 620 g Wasser werden mittels eines Dissolvers vermischt. Durch Hochdruckdispergierung bei 700 bar wird eine stabile Emulsion mit Teilchengröße < 200 nm erzeugt.

5

**Beispiel 6**

Fettungsmittel auf Basis eines Fischöls

10 Gereinigtes Fischöl und Wasser werden im Verhältnis von 1:3 mittels Strahldispersor zu einer Emulsion mit Teilchengröße < 100 nm verarbeitet. Die Emulsion wird durch Zugabe von 10 % Acrylsäure/Methacrylsäure/ Ethylhexylmethacrylat-copolymer sowie 2 % PVA 26/88 stabilisiert.

**Beispiel 7**

15 Gerbprozess A, Gerbung mit Eisensalzen unter Verwendung eines Fettungsmittels. Ausgangsprodukt gespaltene Rindsblöße, 3,0 mm. Alle Mengenangaben beziehen sich auf Blößengewicht.

	%	Produkt	°C	Zeit Min	Bemerkung
Spülen		Wasser	35		
Entkälzung,	100	Wasser	35		
	2.0	Ammoniumsulfat			
	0.3	Natriumbisulfit		10	
Beize	1.1	Beizenzym (Protease)		90	pH: 9.1
					Flotte ab
Spülen		Wasser	20		
Vorbehandlung,	20	Wasser	20		
Pickel	6.0	Natriumchlorid		5	°Bé: >6

	%	Produkt	°C	Zeit Min	Bemerkung
	0.3	Konservierungsmittel (Wirkstoff CMK)			
	2.0	Fettungsmittel (Bsp. 5)			
	5.0	mono-Natriumphthalat		60	pH: 6.4
	1.0	Ameisensäure 85 % 1:10		15	
	1.5	Schwefelsäure 1:10		60	pH: 3.4
Gerbung	13.5	Basisches Eisen(III)sulfat 45%		120	pH: 1.7; Penetration
Abstumpfen	100	Wasser			
	2.0	Natriumformiat		30	pH: 2.3
	0.7	Magnesiumoxid	40 °C	60	pH: 3.0
	0.7	Magnesiumoxid	45 °C	60	pH: 4.2
Spülen		Wasser			

Analytische Daten: Fe-Gehalt 3.7 %

### Beispiel 8

5 Gerbprozess B Gerbung mit Eisensalzen ohne Verwendung eines Fettungsmittels; Ausgangsprodukt gespaltene Rindsblöße, 4,5 mm. Alle Mengenangaben beziehen sich auf Blößengewicht.

	%	Produkt	°C	Zeit Min	Bemerkung
Spülen		Wasser	35		
Entkälzung,	100	Wasser	35		
	2.5	Ammoniumsulfat			
	0.3	Natriumbisulfit		10	

	%	Produkt	°C	Zeit Min	Bemerkung
Beize	1.1	Beizerzym (Protease)		90	pH: 9.1
					Flotte ab
Spülen		Wasser	20		
Vorbehandlung,	20	Wasser	20		
Pickel	6.0	Natriumchlorid		5	°Bé: >6
	0.3	Konservierungsmittel (Wirkstoff CMK)			
	3.0	Methacrylsäure Kopolymerisat			
	1.0	Glutarsäure		60	pH: 4.4
	1.0	Ameisensäure 85 % 1:10		15	
	0.5	Schwefelsäure		60	pH: 3.4
Gerbung	6	Eisen(III)sulfat		120	pH: 1.7; Penetration
Abstumpfen	100	Wasser			
	1.1	Soda 1:10		30	pH: 2.0
	1.1	Soda 1:10		30	pH: 2.7
	1.1	Soda 1:10		30	pH: 3.3
Spülen		Wasser			

Analytische Daten: Fe-Gehalt 3.6 %

### Beispiel 9

5 Nachgerbprozess A, Herstellung eines wasserdichten Sattelleders Stärke 3.5 - 4 mm ausgehend von Beispiel 7; alle Einsatzmengen beziehen sich auf Falzgewicht.

Prozess	+	%	Produkt	°C	Zeit Min	Bemerkung
Waschen	200		Wasser	35	15	
Neutralisation	100		Wasser	35		Flotte ab
	2.0		Natriumformiat			
	4.5		Natriumbicarbonat		60	pH
	3.0		Fettungsmittel Bsp 5		ü.N.	pH 5.0
						Flotte ab
Waschen	100		Wasser	35		Flotte ab
Nachgerbung	50		Wasser	35		
	0.3		Ammoniumbicarbonat		15	pH 6.0
	4.0		Fettungsmittel Bsp 5			
	4.0		Polymerer Nachgerbstoff, Polyasparaginsäurederivat		30	
	8.0		Synthetischer Gerbstoff, Phenolsulfonsäure- Kondensat			
	4.0		Harzgerbstoff		60	
	3.0		Kastanie ungesüßt			
	2.0		Farbstoff Schwarz		90	
	50		Wasser	50	5	
	1.0		Ameisensäure 1:10		30	pH 4.3
	200		Wasser	30	5	
	50		Wasser	30		Flotte ab
	1.8		Ammoniumbicarbonat		30	pH 7.0
	4.0		Hydrophobiermittel Bsp 2		60	pH 7.0
	1.0		Ameisensäure 1:10		15	
	1.0		Ameisensäure 1:10		15	
	1.0		Ameisensäure 1:10		15	
	1.0		Ameisensäure 1:10		60	pH 3.5
Spülen			Wasser	50	5	
Spülen			Wasser	20	5	

Vakuumtrocknung (60°C, 3 min), Klimatisieren (65 % Luftfeuchtigkeit), Stollen, Nachbügeln ergibt ein sehr festes, volles, tief schwarzes Leder

5 Wasserdichtigkeit: Wasserdurchtritt gemessen nach DIN 53338: > 8 h bei 9 % Wasseraufnahme.

Analytische Daten: Fe-Gehalt 2.1 %, Si-Gehalt 0.7 %

### Beispiel 10

10 Nachgerbprozess B, Herstellung eines Schuhoberleders Dicke 1.6 - 1.8 mm basierend auf Gerbprozess A; alle Einsatzmengen beziehen sich auf Falzgewicht.

Prozess	+	%	Produkt	°C	Zeit Min	Bemerkung
Waschen	200		Wasser	35	15	
Neutralisation	100		Wasser	35		Flotte ab
	3.0		Neutralisationsgerbstoff, Ditolylethersulfonsäure- Kondensat			
	1.0		Natriumformiat		60	pH 5.8
	4.0		Polymerer Nachgerbstoff, Polyasparaginsäurederivat		ü.N.	pH 5.8
						Flotte ab
Waschen	100		Wasser	35		Flotte ab
Nachgerbung	50		Wasser	35		
	4.0		Fettungsmittel Bsp 6			
	2.0		Hydrophobiermittel Bsp 1			
	4.0		Polymerer Nachgerbstoff, Polyasparaginsäurederivat		30	pH 6.0
	4.0		Synthetischer Gerbstoff, Phenolsulfonsäure- Kondensat			
	4.0		Harzgerbstoff		60	
	2.0		Farbstoff Braun		90	
	50		Wasser	50	5	
	1.0		Ameisensäure 1:10		30	pH 4.1
						Flotte ab

Prozess	+	%	Produkt	°C	Zeit Min	Bemerkung
		200	Wasser	30	5	
		50	Wasser	30		Flotte ab ?
		1.8	Ammoniumbicarbonat		60	pH 7.2
		3.0	Hydrophobiermittel Bsp 1		60	pH 7.1
		1.0	Ameisensäure 1:10		15	
		1.0	Ameisensäure 1:10		15	
		1.0	Ameisensäure 1:10		15	
		1.0	Ameisensäure 1:10		60	pH 3.6
Spülen			Wasser	50	5	
Spülen			Wasser	20	5	

Vakuumtrocknung (60 °C, 2 min), Klimatisieren (65 % Luftfeuchtigkeit), Stollen ergibt ein weiches, volles, egal gefärbtes Leder.

5 Wasserdichtigkeit: Wasserdurchtritt gemessen nach DIN 53338: > 8 h bei 12 % Wasseraufnahme.

Analytische Daten: Fe-Gehalt 3.3 %, Si-Gehalt 1.2 %

10 Das erhaltene vollnarbige Leder wurde in zwei Durchgängen (Papier Korngröße 120) zu Nubuk geschliffen:

Wasserdichtigkeit: Wasserdurchtritt gemessen nach DIN 53338: > 8 h bei 14 % Wasseraufnahme.

Wasserdampfdurchlässigkeit: 11 mg/cm<sup>2</sup> h

Analytische Daten: Fe-Gehalt 3.3 %, Si-Gehalt 1.1 %

15

### Beispiel 11

Nachgerbprozess B, Herstellung eines Spalt-Schuhoberleders Dicke 1.3 - 1.5 mm basierend auf Gerbung analog zu Gerbprozess A; alle Einsatzmengen beziehen sich auf Falzgewicht.

Prozess	+	%	Produkt	°C	Zeit Min	Bemerkung
Waschen	200		Wasser	35	15	
Neutralisation	50		Wasser	40		Flotte ab
	4.0		Synthethischer Gerbstoff, Phenolsulfonsäure- Kondensat		30	
	4.0		Polymerer Nachgerbstoff, Methacrylsäure Kopolymerisat		30	
	1.0		Natriumformiat			
	3.0		Natrimbicarbonat		60	pH 5.6
	3.0		Fettungsmittel Bsp 5		60	pH 5.6
						Flotte ab
Waschen	200		Wasser	40	5	Flotte ab
Nachgerbung	100		Wasser	40		
	3.0		Fettungsmittel Bsp 5		40	
	6.0		Synthetischer Gerbstoff, Diphenylsulfon-Kondensat		20	
	4.0		Polymerer Nachgerbstoff, Polyasparaginsäurederivat		40	pH 6.0
	1.0		Pigment Weiss			
	200		Wasser	30	5	
	50		Wasser	30		Flotte ab ?
	1.8		Natriumcarbonat		45	pH 6.9
	2.0		Fettungsmittel Bsp. 5		20	
	4.0		Hydrophobiermittel Bsp 2		45	pH 7.0
	4.0		Synthetischer Gerbstoff, Diphenylsulfon-Kondensat mit Ligninsulfonat		30	
	1.2		Ameisensäure 1:10		30	
	1.2		Ameisensäure 1:10		15	
	1.2		Ameisensäure 1:10		30	pH 3.4
Spülen			Wasser	50	5	
Spülen			Wasser	20	5	

Spanntrocknung, Klimatisieren (65 % Luftfeuchtigkeit), Stollen, Millen, ergibt ein weiches, rundes, hell beiges Leder

Wasserdichtigkeit:

Wasserdurchtritt gemessen nach DIN 53338: > 8 h bei 17 % Wasseraufnahme.

Wasserdurchtritt gemessen nach ASTM D2099-98: > 50000 Knickungen bei  
5 Wasseraufnahme 12 %

Wasser dampfdurchlässigkeit: 18 mg/cm<sup>2</sup> h

Analytische Daten: Fe-Gehalt 3.1 %, Si-Gehalt 1.0 %

10

### Beispiel 12

Nachgerbprozess B, Herstellung eines Schafs-Bekleidungsleders 0.8 mm basierend auf Gerbung analog zu Gerbprozess A; alle Einsatzmengen beziehen sich auf Falzgewicht.

Prozess	+	%	Produkt	°C	Zeit Min	Bemerkung
Waschen (2x)	300		Wasser	40		pH 3.4
						Flotte ab
Neutralisation	150		Wasser	40		
	2.0		Neutralisationsgerbstoff, Ditolylethersulfonsäure- Kondensat			
	1.5		Natriumbicarbonat		30	pH 6.0
	3.0		Polymerer Nachgerbstoff, Polyasparaginsäurederivat		30	
	5.0		Fettungsmittel Bsp 6		90	pH 5.5
					über Nacht	
						Flotte ab
Waschen (2x)	200		Wasser	40	5	Flotte ab
Nachgerbung	150		Wasser	40		
	2.0		synthetischer Gerbstoff, Phenolsulfonsäure- Kondensat		10	
	1.0		Farbstoff Rot		20	
	5.0		Polymerer Nachgerbstoff, Polyasparaginsäurederivat		30	
	5.0		Hydrophobiermittel Bsp 3		60	

Prozess	+	%	Produkt	°C	Zeit Min	Bemerkung
		3.0	Harzgerbstoff			
		1.0	Farbstoff Rot		45	
		2.0	Ameisensäure		30	pH 3.6
						Flotte ab
		100	Wasser	30		
		2.0	Ammoniak 25 % 1:10		40	pH 7.1
		4.0	Hydrophobiermittel Bsp 3		60	pH 7.0
		1.3	Ameisensäure 1:10		15	
		1.3	Ameisensäure 1:10		15	
		1.3	Ameisensäure 1:10		60	pH 3.7
Spülen			Wasser	50	5	
Spülen			Wasser	20	5	

Hängetrocknung, Klimatisieren (65 % Luftfeuchtigkeit), Stollen, Millen, ergibt ein weiches, rundes, rotes Leder.

##### 5 Wasserdichtigkeit:

Wasserdurchtritt gemessen nach DIN 53338: 185 min bei 14 % Wasseraufnahme.

Wasserdampfdurchlässigkeit: 18 mg/cm<sup>2</sup> h

Analytische Daten: Fe-Gehalt 3.1 %, Si-Gehalt 1.0 %

**Patentansprüche**

1. Chromfreies Leder mit einer Wasserdichtigkeit gemessen als Penetrationszeit gemäß DIN 53338 von wenigstens 30 min.

5

2. Chromfreies Leder gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Penetrationszeit gemäß DIN 53338 wenigstens 2 Stunden beträgt.

3. Chromfreies Leder nach wenigstens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass es einen Fe-Gehalt von 1 bis 6 Gew.-% bezogen auf Trockengewicht, bestimmt nach Veraschung, besitzt.

4. Chromfreies Leder nach wenigstens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass es einen Si-Gehalt von wenigstens 0,2 Gew.-%, bevorzugt wenigstens 1,0 Gew.-%, bezogen auf Trockengewicht, bestimmt als Silikat nach Veraschung, besitzt.

15

5. Chromfreies Leder nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass das Leder ein Silikon, insbesondere Silikon mit Polysiloxankette, enthält.

20

6. Chromfreies Leder nach wenigstens einem der vorgehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Wasserdampfdurchlässigkeit gemessen nach DIN 53333 größer als 0,8 mg/cm<sup>2</sup>h, insbesondere größer als 2 mg/cm<sup>2</sup>h beträgt.

25

7. Verwendung von Silikonen als Hydrophobiermittel für chromfrei gegerbtes Leder.

8. Verwendung gemäß Anspruch 7 oder 8, dadurch gekennzeichnet, dass als Silikon wird.

30

9. Verfahren zur Herstellung von chromfreien Leder gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man chromfrei-gegerbtes Leder gegebenenfalls nachgerbt und mittels eines Hydrophobiermittels behandelt.
- 5 10. Verfahren zur Herstellung von chromfreien Ledern gemäß Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass man ein eisengegerbtes Leder gegebenenfalls nachgerbt und dann mittels eines Hydrophobiermittels, insbesondere mittels eines Silikons behandelt.
- 10 11. Verfahren gemäß Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass man die zu gerbende Blöße vor der Eisengerbung sauer vorbehandelt, insbesondere mit einer organischen Di- oder Polycarbonsäure.
- 15 12. Verwendung von Ledern gemäß Anspruch 1 als Bezugsstoffe in der Automobilindustrie, als Oberleder in der Schuhindustrie, als Täschnerleder oder als Sattelleder.

**Chromfreies, wasserdichtes Leder**

**Z u s a m m e n f a s s u n g**

Chromfreies Leder mit einer Wasserdichtigkeit gemessen als Penetrationszeit gemäß DIN 53338 von wenigstens 30 min.